SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 2354.12:2013

Cara uji kimia – Bagian 12: Penentuan rendemen (*yield*) karaginan rumput laut

ICS 67.050

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2013

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Prinsip 1
4 Peralatan 1
5 Pereaksi 2
6 Preparasi contoh 2
7 Prosedur 2
8 Perhitungan Rendemen *(yield)* Karaginan 3
9 Pelaporan 3
10 Keamanan dan keselamatan kerja 3
Lampiran A (informatif) Diagram alir proses penentuan rendemen (*yield*) karaginan rumput laut 4
Lampiran B (informatif) Data verifikasi metode 5
Bibliografi 10

Gambar B.1.A - Spektrum Iota-karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Teknis 6
Gambar B.1.B - Spektrum Iota-Karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Pro analis (P.a) 6
Gambar B.1.C - Spektrum Kappa-Karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Teknis 7
Gambar B.1.D - Spektrum Kappa-Karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Pro-analis (Pa) 7
Gambar B.1.E - Spektrum Iota-Karaginan Standar dari SIGMA 8
Gambar B.1.F - Spektrum Kappa-Karaginan Standar dari SIGMA 8

Tabel B.1. Rendemen (*yield*) karaginan rumput laut 5
Tabel B.2. Pita serapan gugus fungsional karaginan pada Spektrum Infra Merah 9

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan terhadap komoditas rumput laut yang akan dipasarkan di dalam dan luar negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang metode uji yang dapat memenuhi jaminan tersebut.

Standar ini merupakan revisi dari SNI 01-4498-1998, *Penetapan kadar karaginan dari rumput laut.*

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 65-05 Produk Perikanan yang telah dirumuskan melalui rapat teknis dan rapat konsensus pada tanggal 12 Juli 2012 di Bandung dan dihadiri oleh anggota panitia teknis, wakil dari produsen, konsumen, asosiasi, lembaga penelitian, perguruan tinggi dan instansi terkait sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Berkaitan dengan penyusunan Standar Nasional Indonesia ini, maka aturan-aturan yang dijadikan dasar atau pedoman adalah:

1. Undang-Undang Nomor 7 Tahun 1996 tentang Pangan.
2. Undang-Undang Nomor 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.
3. Undang-Undang Nomor 45 Tahun 2009 tentang Perubahan atas Undang-Undang Nomor 31 Tahun 2004 tentang Perikanan.
4. Peraturan Pemerintah Nomor 69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan.
5. Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air.
6. Peraturan Pemerintah Nomor 28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu dan Gizi Pangan.
7. Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor PER.19/MEN/2010 tentang Pengendalian Sistem Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan.
8. Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor PER.15/MEN/2011 tentang Pengendalian Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan yang Masuk ke dalam Wilayah Negara Republik Indonesia.
9. Peraturan Kepala Badan Pengawasan Obat dan Makanan RI Nomor HK.00.06.1.52.4011 Tahun 2009 tentang Penetapan Batas Maksimum Cemaran Mikroba dan Kimia dalam Makanan.
10. Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor KEP.06/MEN/2002 tentang Persyaratan dan Tata Cara Pemeriksaan Mutu Hasil Perikanan yang Masuk ke Wilayah Republik Indonesia.
11. Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI Nomor KEP.01/MEN/2007 tentang Persyaratan Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan pada Proses Produksi, Pengolahan dan Distribusi.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 12 September 2012 sampai dengan 11 November 2012 dengan hasil akhir RASNI.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Cara uji kimia – Bagian 12: Penentuan rendemen (*yield*) karaginan rumput laut

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk menentukan rendemen (*yield*) karaginan rumput laut dengan cara ekstraksi.

2 Istilah dan definisi

2.1
karaginan
senyawa hidrokoloid yang utamanya terdiri dari galaktosa dan 3,6 anhidrogalaktosa yang mengandung ester natrium sulfat, amonium, kalsium, magnesium, dan kalium yang dapat diekstrak dari rumput laut kelas rodhophyceae dari jenis *Eucheuma, Chondrus, Gigartina, Hypnea, Iradea, Philophora, Furcellaria, Gynmogongrus, Ahnfeltia, Anatheca,* dan *Meristhoteca*

2.2
ekstraksi
proses pemisahan suatu zat berdasarkan perbedaan kelarutannya terhadap dua senyawa yang tidak saling larut, biasanya digunakan air atau pelarut organik

2.3
pencucian
proses penghilangan pasir, garam, kapur, karang, dan lainnya dengan cara merendam/ membilas rumput laut dengan air bersih

2.4
refluks
suatu metode pemanasan untuk mempertahankan volume pelarut baik senyawa organik maupun anorganik dengan cara mengembunkan kembali uap yang terbentuk

2.5
koagulasi
proses penggumpalan serat karaginan dalam isopropil alkohol (isopropanol)

3 Prinsip

Melakukan pemisahan karaginan dari rumput laut dengan cara ekstraksi melalui proses refluks dalam suasana basa.

4 Peralatan

1) Gunting
2) Gelas piala 300 ml
3) Timbangan analitik (dengan ketelitian 0,1 mg)
4) Cawan porselen (*crusible*)
5) Batang pengaduk gelas (*glass rod*)
6) *Vented erlenmeyer flask* (500 ml)
7) Corong gelas penyaring (corong Buchner)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

8) Labu alas bulat (*round bottom flask,* 500 ml)
9) Penangas air (*waterbath*)
10) Pelumat (*blender)*
11) Pompa hisap (*vacuum pump*)
12) Penyaring plankton (*plankton net*, mesh size 75 µm)
13) Oven pengering
14) Mantel pemanas (*heating mantle*)
15) Kertas saring kasar
16) Desikator

5 Pereaksi

1) NaOH 4 N
2) Tanah Diatomae
3) NaCl 10 %
4) Isopropanol Teknis
5) Aquades

6 Preparasi contoh

Rumput laut kering dipotong kecil-kecil dengan menggunakan gunting hingga jumlah yang mencukupi, kemudian diaduk sampai rata untuk mendapatkan contoh uji yang homogen. Contoh dimasukkan dalam wadah plastik atau gelas bertutup dan simpan pada suhu ruang hingga saatnya untuk diuji.

7 Prosedur

1) Timbang contoh rumput laut 5 g dalam gelas piala 300 ml, tambahkan air 100 ml, kemudian diaduk dan ditiriskan.
2) Tambahkan air 125 ml dan panaskan dengan *waterbath* (95 °C) selama 1 jam, kemudian dilumatkan hingga halus.
3) Tambahkan air panas 125 ml sehingga volume menjadi 250 ml.
4) Atur pH larutan dengan kisaran pH 8 sampai pH 9 dengan cara menambahkan NaOH 4 N (± 2 tetes).
5) Pindahkan larutan kedalam labu alas bulat 500 ml dan rangkaikan labu alas tersebut pada alat pemanas (*heating mantle).*
6) Refluks pada suhu mendidih (± 105 °C) sampai menjadi bubur (misalnya pemanasan hingga 18 jam untuk *E. cottonii* dan pemanasan hingga 3 jam untuk *E. spinosum*).
7) Pindahkan bubur rumput laut dalam gelas piala 500 ml, tambahkan *Tanah Diatomae* 12,5 g dan aduk hingga rata.
8) Saring bubur rumput laut tersebut dalam kondisi panas menggunakan erlenmeyer berleher, corong penyaring dan penyaring plankton (*plankton net*). Gunakan pompa vakum untuk mempercepat penyaringan dan buang ampasnya.
9) Pindahkan filtrat dalam gelas piala, tambahkan 18 ml larutan NaCl 10 %, dan panaskan kembali dengan *hotplate* agar tetap hangat.
10) Siapkan gelas piala 1000 ml berisi isopropanol 650 ml atau sekitar 2,5 kali volume filtrat.
11) Tuangkan filtrat dalam kondisi hangat ke dalam gelas piala berisi isopropanol sambil diaduk perlahan selama 15 menit hingga didapatkan karaginan yang terkoagulasi.
12) Saring karaginan dengan kertas saring kasar, dan buang cairannya. Pindahkan kertas saring berisi karaginan kedalam gelas piala semula yang telah diisi isopropanol 250 ml.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Aduk sampai menggumpal dengan tujuan untuk menghilangkan klorida dan air yang tersisa.

13) Siapkan cawan porselen kosong yang telah diketahui beratnya (A).
14) Saring kembali karaginan dengan penyaring plankton (*plankton net*), kemudian masukkan karaginan kedalam cawan porselen. Keringkan dalam oven pengering dengan suhu 70 °C – 80 °C selama 4 jam.
15) Keluarkan cawan porselen dari oven pengering, masukkan ke dalam desikator sampai dingin, kemudian timbang cawan berisi karaginan (B).

8 Perhitungan Rendemen *(yield)* Karaginan

$$\%\ \text{Karaginan} = \frac{\text{B} - \text{A}}{\text{berat contoh (g)}} \times 100\ \%$$

Keterangan:
A adalah berat cawan porselen kosong (g)
B adalah berat cawan porselen berisi karaginan (g)

9 Pelaporan

a) Hasil perhitungan dinyatakan dalam dua angka desimal.
b) Jika angka desimal kurang dari 5 (lima) maka pembulatan ke bawah, tetapi bila lebih dari 5 (lima) pembulatan keatas.

Contoh :
14,454 dibulatkan menjadi 14,45
14,466 dibulatkan menjadi 14,47

c) Jika angka ke tiga di belakang koma 5 (lima), dan angka kedua genap, maka angka lima tersebut menjadi hilang tetapi bila angka kedua ganjil maka pembulatan ke atas.

Contoh :
14,765 dibulatkan menjadi 14,76
14,475 dibulatkan menjadi 14,48

10 Keamanan dan keselamatan kerja

Untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja selama melakukan analisa maka perlu diperhatikan hal-hal sebagai berikut:

a) Cuci tangan sebelum dan sesudah melakukan pengujian.
b) Gunakan jas laboratorium, sarung tangan karet, kaca mata dan masker selama bekerja.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A
(informatif)
Diagram alir proses penentuan rendemen (*yield*) karaginan rumput laut

Timbang contoh rumput laut 5 g dalam gelas piala, tambahkan air ± 100 ml, aduk dan tiriskan

↓

Tambahkan air 125 ml, panaskan dalam *waterbath* (95 °C) 1 jam, lumatkan sampai halus

↓

Tambahkan air hingga 250 ml, cek pH (8 - 9), tambahkan ± 2 tetes NaOH 4 N

↓

Pindahkan larutan kedalam labu alas bulat (500 ml), rangkaikan labu alas bulat pada alat pemanas (*heating mantle*)

↓

Refluks pada suhu 105 °C
(*E. cottonii* 18 jam, *E. spinossum* 3 jam)

↓

Pindahkan bubur rumput laut ke gelas piala 500 ml, tambahkan tanah diatomae 12,5 g, aduk hingga rata

↓

Saring bubur rumput laut

↓

Pindahkan filtrat kedalam gelas piala, tambahkan 18 ml larutan NaCl 10 %

↓

Tuang filtrat (hangat) ke dalam gelas piala 1 l berisi Isopropanol sambil diaduk perlahan

↓

Saring serat karaginan yang terbentuk dengan kertas saring kasar

↓

Rendam kembali serat karaginan dengan Isopropanol 100 ml, aduk-aduk

↓

Saring menggunakan kain saring (*plankton net*), masukkan ke dalam cawan porselen

↓

Keringkan dalam oven pengering, suhu 70 °C - 80 °C selama 4 jam

↓

Timbang cawan berisi karaginan

↓

Hitung rendemen (*yield*) % karaginan

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran B
(informatif)
Data verifikasi metode

B.1 Rendemen (*yield*) karaginan

Verifikasi metode penentuan rendemen (*yield*) rumput laut dari jenis *Eucheuma cottonii dan Eucheuma spinosum* dilakukan dengan menggunakan 2 jenis pelarut seperti terlihat pada Tabel B.1. Hasil isolasi karagenan dari jenis rumput laut *Eucheuma cottonii* adalah **Kappa-karaginan** dan hasil dari jenis rumput laut *Eucheuma spinosum* adalah **Iota-karaginan**.

Hasil seperti pada tabel tersebut terlihat bahwa kandungan karaginan baik yang menggunakan pelarut Isopropanol Teknis maupun Isopropanol Pro-analis sudah memenuhi standar Horwitz, dengan ketentuan bahwa uji kedapat-ulangan (*repeatability*) Relatif Standar Deviasi (RSD) maksimal 3 %.

Tabel B.1. Rendemen (*yield*) karaginan rumput laut

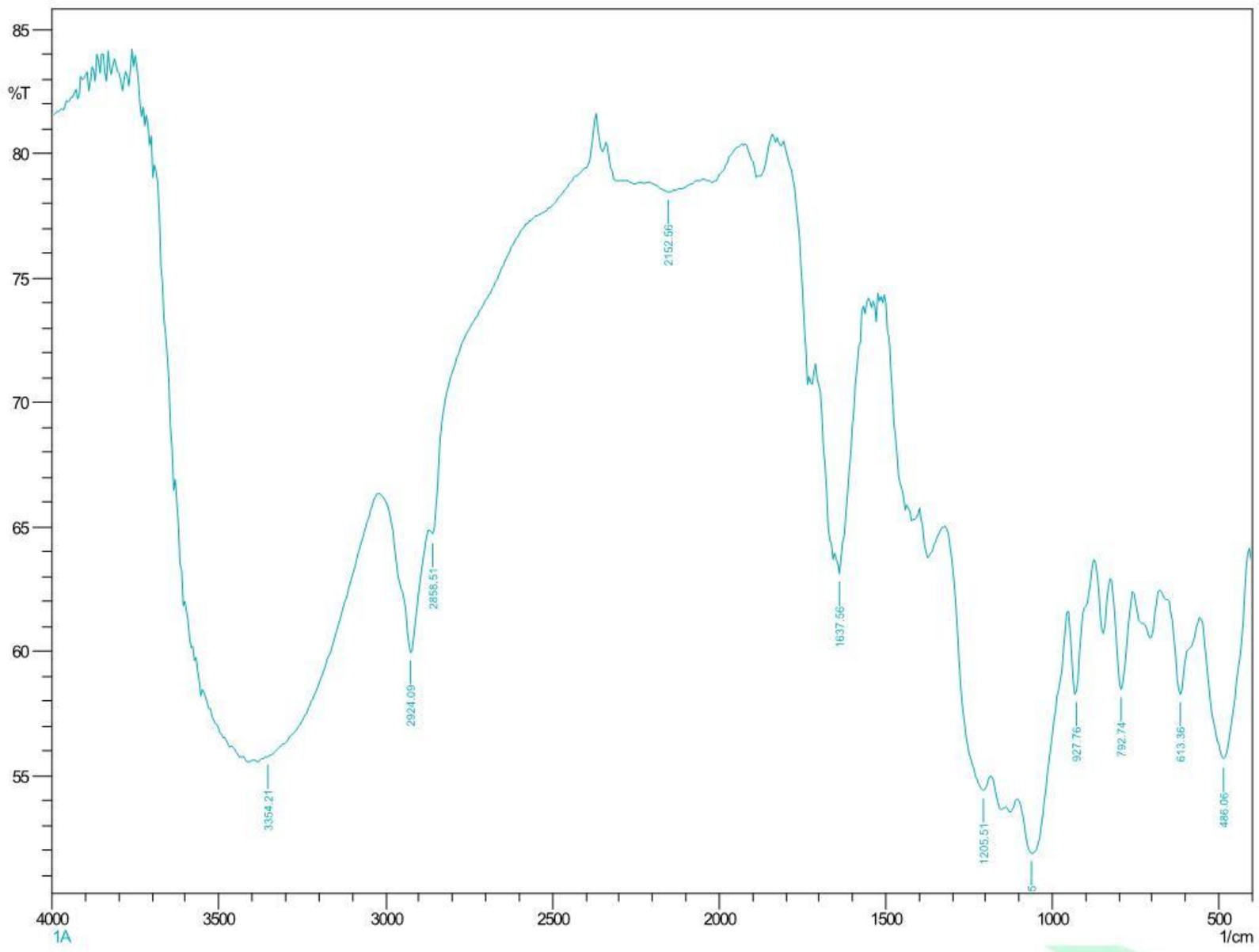
Ulangan	Rendemen (*yield*) karaginan (%)			
	Isopropanol Teknis		Isopropanol Pro-analis	
	Eucheuma cottonii	***Eucheuma spinosum***	***Eucheuma cottonii***	***Eucheuma spinosum***
1	30,54	28,48	31,38	29,29
2	30,02	28,81	30,85	29,25
3	32,52	30,16	29,81	29,06
4	32,11	30,29	31,21	30,32
5	31,07	28,47	29,36	30,67
6	30,67	28,54	31,66	28,12
Rerata	**31,16**	**29,13**	**30,71**	**29,78**
SD	0,97	0,86	0,92	0,92
%RSD	3,11	3,35	3,00	3,12
Pembulatan % RSD	3	3	3	3

Hasil kedapat-ulangan (*repeatability*) % RSD hasil isolasi setelah dibulatkan 1 angka tanpa digit desimal masih cukup baik, karena hasilnya masih memenuhi ketentuan standar Horwitz.

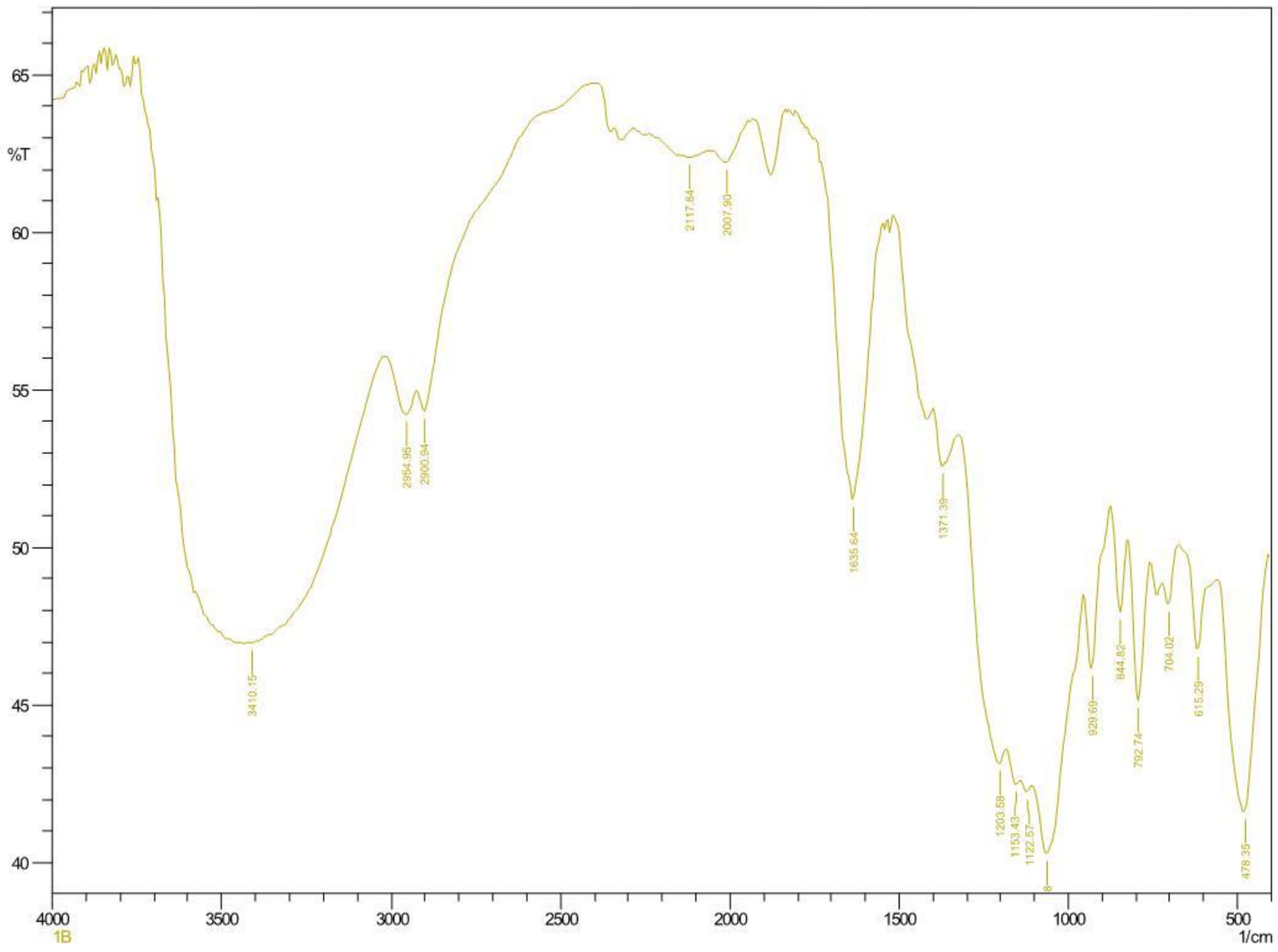
B.2 Gugus fungsional karaginan

Gugus fungsional karaginan merupakan spektrum yang dihasilkan dari alat yang digunakan untuk mengindentifikasi yaitu *Fourier Transform Infrared* (*FT-IR*) Spektrofotometer Infra Merah. Masing-masing contoh karaginan hasil isolasi dibandingkan dengan spektrum karaginan standar. Hasil spektrum yang dihasilkan oleh alat FT-IR masing-masing contoh adalah sebagai berikut: Gambar B.1.A adalah Iota-karaginan hasil isolasi dengan pelarut teknis; Gambar B.1.B adalah Iota-karaginan hasil Isolasi dengan pelarut p.a; Gambar B.1.C adalah Kappa-karaganian hasil isolasi dengan pelarut teknis; Gambar B.1.D adalah Kappa-karaginan hasil Isolasi dengan pelarut p.a; Gambar B.1.E adalah Iota-karaginan standar; Gambar B.1.F adalah Kappa-karaginan standar. Berikut ini spektrum yang dihasilkan:

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

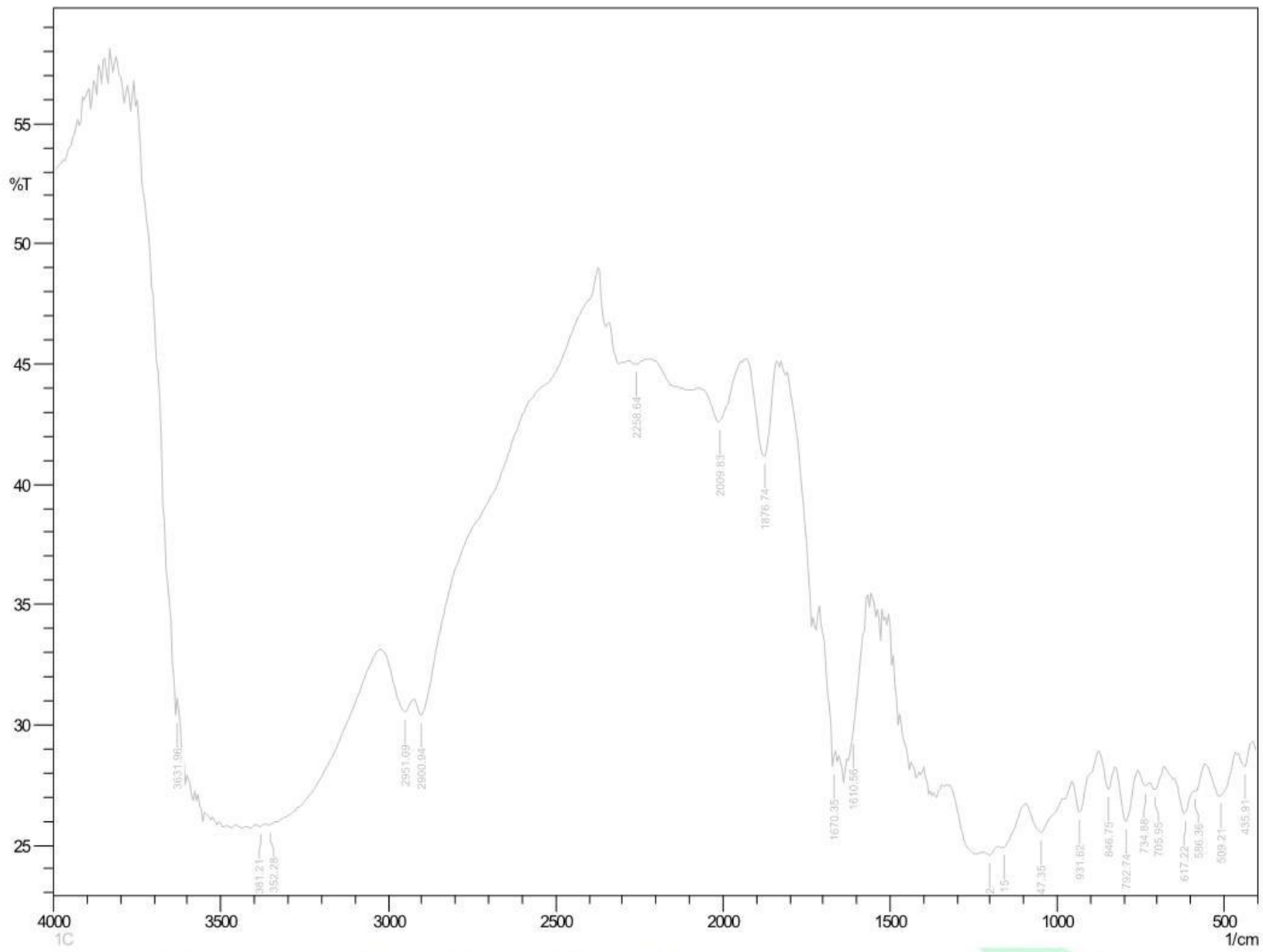


Gambar B.1.A - Spektrum Iota-karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Teknis

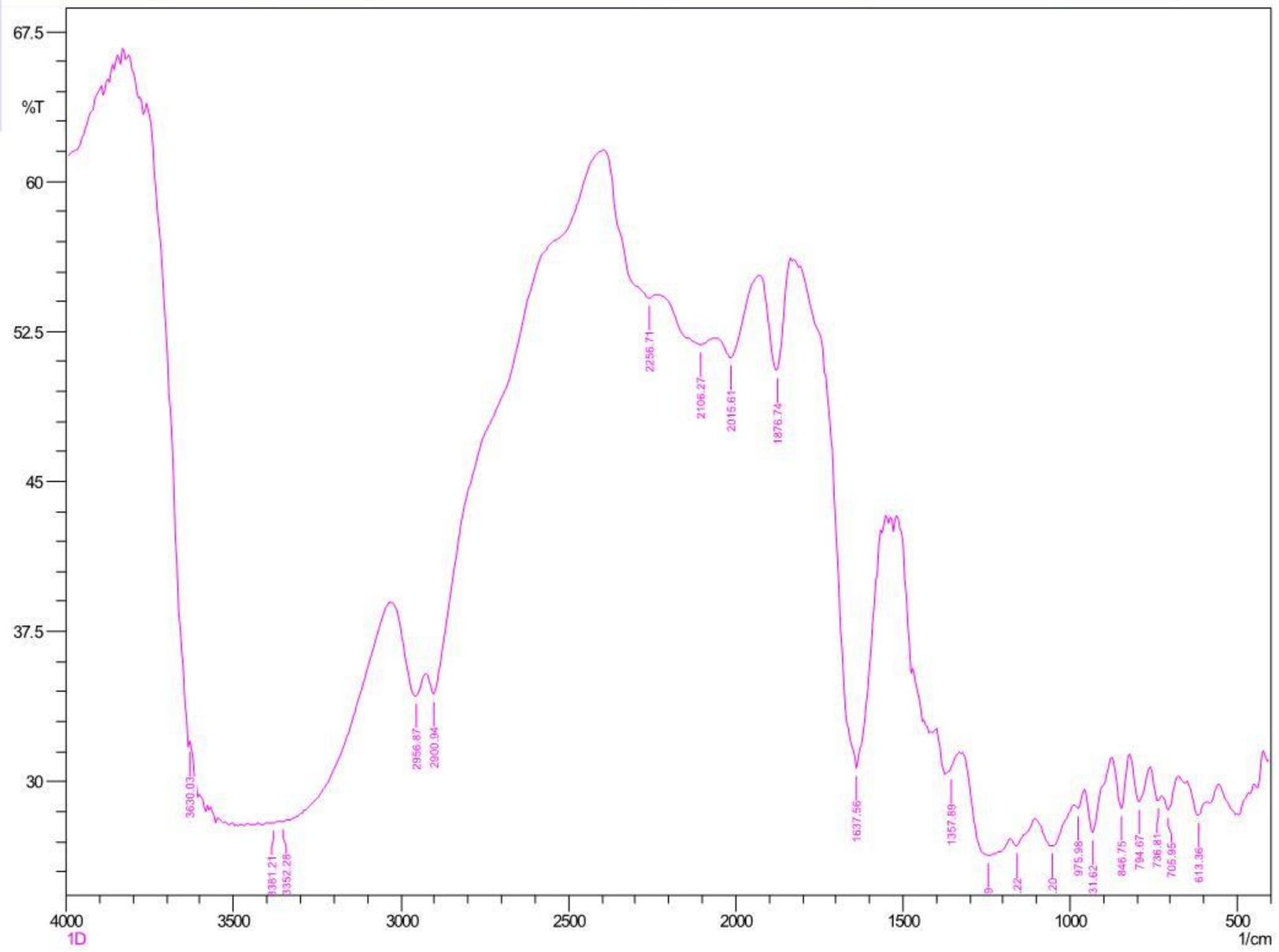


Gambar B.1.B - Spektrum Iota-Karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Pro analis (P.a)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

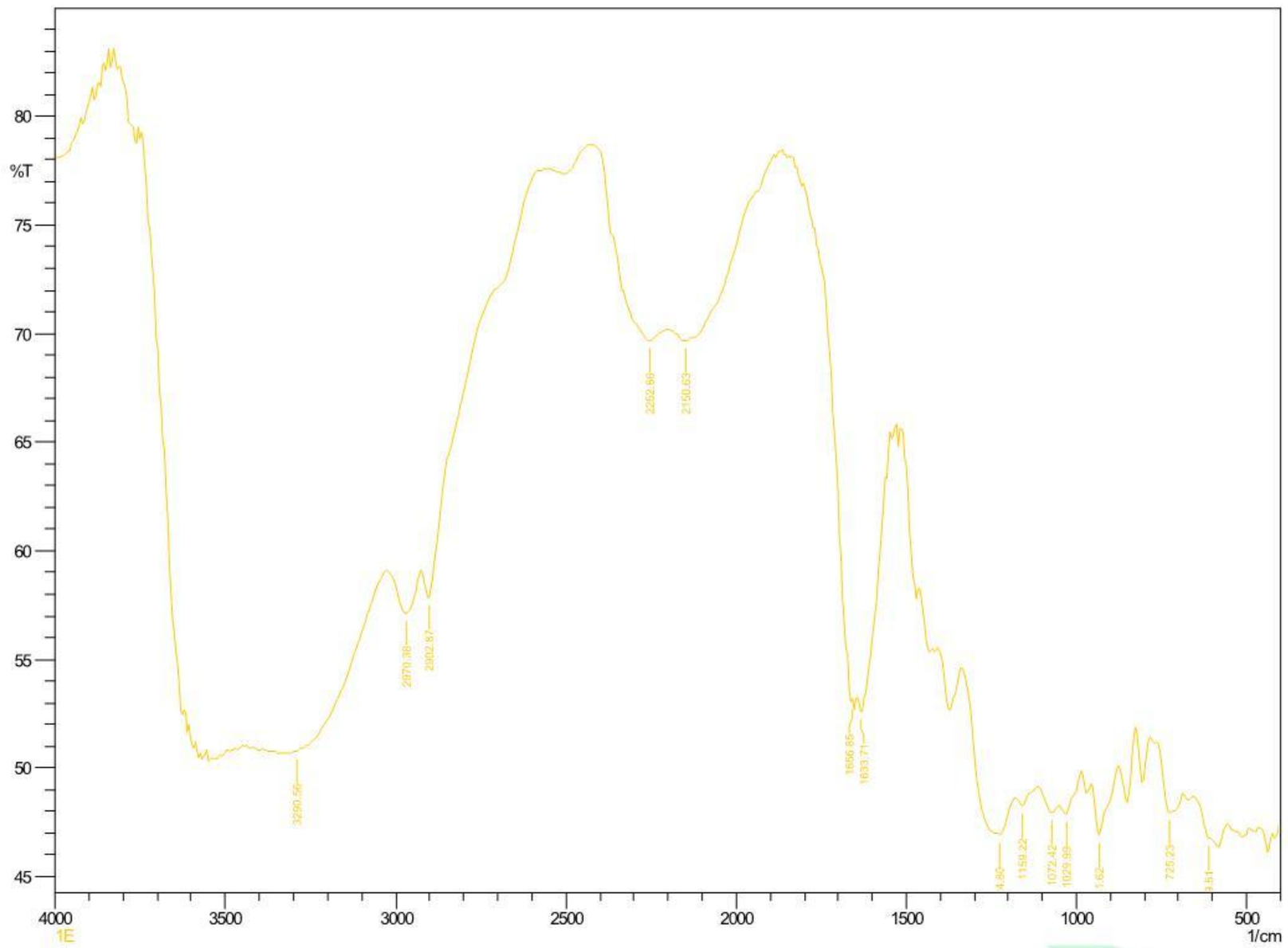


Gambar B.1.C - Spektrum Kappa-Karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Teknis



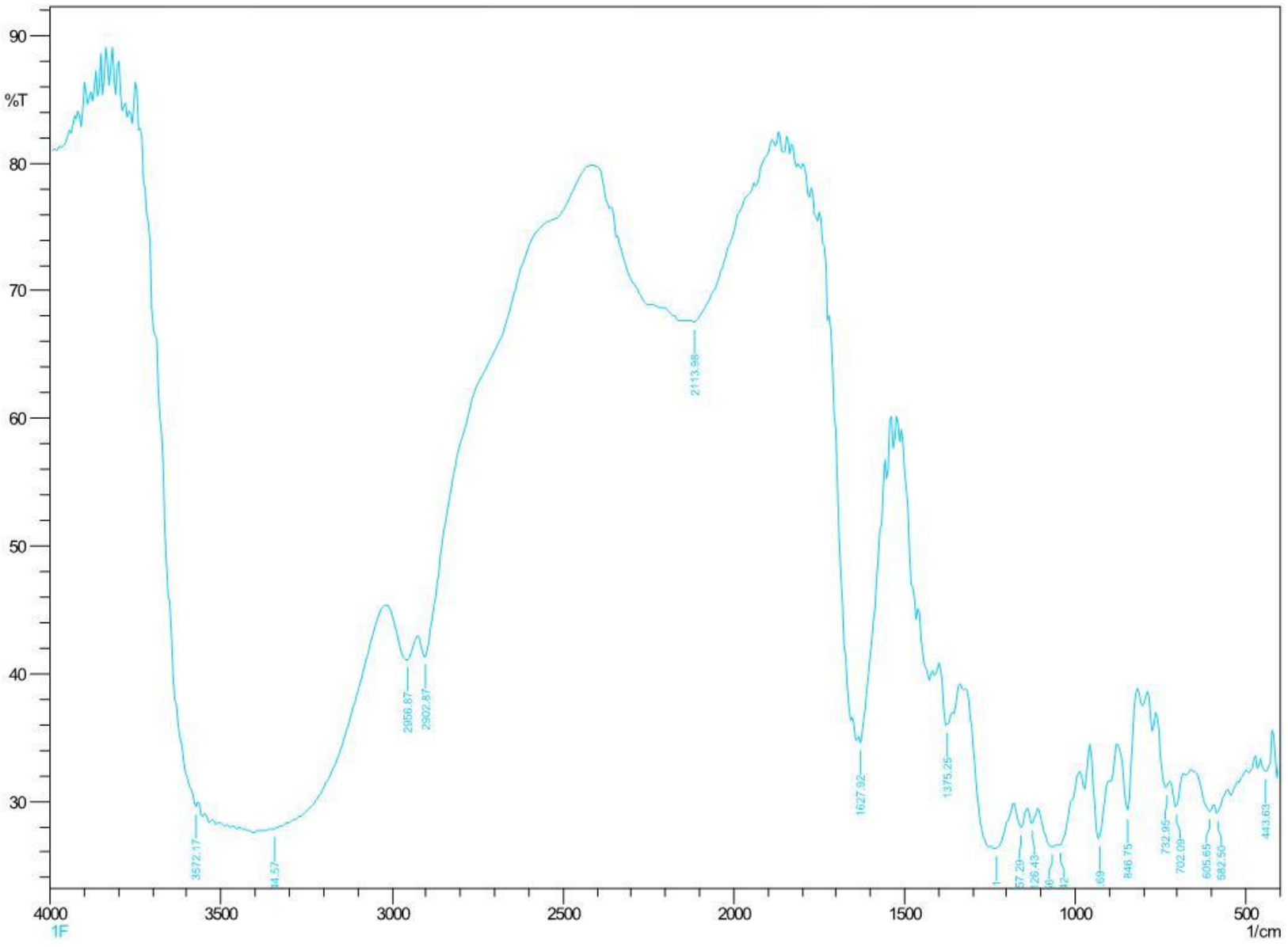
Gambar B.1.D - Spektrum Kappa-Karaginan hasil isolasi dengan pelarut Isopropanol Pro-analis (Pa)

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"



Gambar B.1.E - Spektrum Iota-Karaginan Standar dari SIGMA

(*Blanded from varios seaweed to produce flexible gels, contains predominantly iota carrageenan*)



Gambar B.1.F - Spektrum Kappa-Karaginan Standar dari SIGMA

(*Blended from various seaweed to produce rigid gels, contain predominantly kappa and lessea amounts of lamda carrageenan*)

Hasil uji gugus fungsional menggunakan Spektroskopi Spektrum Infra Merah terhadap karaginan standar dan karaginan hasil isolasi seperti dapat dilihat pada Tabel B.2.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Tabel B.2. Pita serapan gugus fungsional karaginan pada Spektrum Infra Merah

Panjang Gelombang (nm)	Pita Serapan Gugus Fungsional	Identifikasi Spektrum FT-IR					
		Kappa Karaginan Standar	Iota Karaginan Standar	Karaginan *E.spinosum* Teknis	Karaginan *E.spinosum* p.a	Karaginan *E.cotonii* Teknis	Karaginan *E.cotonii* p.a
800 - 900	R – O – R : eter siklis	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada
1000 – 1200	C – O- R : eter	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada
1370	CH_3 : metil	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada
1700	C = O : karbonil	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada
2800 – 2900	: alkil	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada
3400	OH : alkohol	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada	Ada

Keterangan:
- Kappa/Iota Karaginan standar: karaginan dengan struktur Kappa/Iota standar
- Karaginan *E.spinosum/E.cotonii* Teknis: Karaginan hasil isolasi menggunakan Isopropanol grade teknis
- Karaginan *E.spinosum/E.cotonii* p.a: Karaginan hasil isolasi menggunakan Isopropanol grade pro analitik

Gugus fungsional dikenali dari adanya pita serapan pada berbagai panjang gelombang. Pita serapan tersebut ada enam macam. Pita serapan ini merupakan ciri khas gugus fungsional tersebut.

Dari dua jenis karaginan standar (Kappa dan Iota) serta empat karaginan hasil isolasi di laboratorium menunjukkan pita serapan yang sama (Tabel B.2). Keenam gugus fungsional tersebut sangat cocok dengan bentuk struktur bangun karaginan (Iota dan Kappa).

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Combine Compendium of Food Additive Specification Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) “Carrageenan” 2007. *(*http://www.fao.org/ag/agn/jecfa-additives/details.html?id=830 diakses tanggal 23 April 2012*)*

Laporan Hasil Verifikasi Penentuan Rendemen (*yield*) Karaginan Rumput Laut, Laboratorium Kimia Balai Besar Pengembangan dan Pengendalian Hasil Perikanan, 2011.

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"